

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงวัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลองที่ใช้ในการเตรียมและตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่อยู่ในระบบพีแซดที ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้

- 3.1.1 เลดออกไซด์ (PbO : purity $\geq 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.2 เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_2 : purity $\sim 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.3 ทิตาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2 : purity $\sim 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.4 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinylalcohol; PVA ผลิตโดยบริษัท Fluka)
- 3.1.5 เอทานอล (ethanol)
- 3.1.6 กาวเงิน (silver paste)
- 3.1.7 น้ำมันซิลิโคน (silicone oil)
- 3.1.8 น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 ลูกบดเซอร์โคเนีย (zirconia)
- 3.2.2 แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (magnetic bar)
- 3.2.3 เครื่องผสมสารแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) พร้อมตัวให้ความร้อน (heater)
- 3.2.4 ครกบดสารทำด้วย agate
- 3.2.5 เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง ($1400\text{ }^{\circ}\text{C}$)

- 3.2.6 เวอร์เนียร์คาลิปเปอร์
 - 3.2.7 ไมโครมิเตอร์
 - 3.2.8 กระจกทรายน้ำ เบอร์ 400, 600, 800 และ 1200
 - 3.2.9 ข้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส
 - 3.2.10 บีกเกอร์ขนาดต่างๆ
 - 3.2.11 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer) รุ่น JDX-8030 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
 - 3.2.12 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียล เทอร์มอล อานาไลซิส (Differential Thermal Analysis : DTA) รุ่น 1600 TA system ผลิตโดยบริษัท Du Pont ประเทศสหรัฐอเมริกา
 - 3.2.13 LCZ meter (Hewlett Packard 4276A)
 - 3.2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM) รุ่น JSM-840A ประเทศญี่ปุ่น
 - 3.2.15 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Laser Diffraction Spectrometer) ผลิตโดยบริษัท FRITSH รุ่น analysette 22 ประเทศเยอรมัน
- 3.3 การเตรียมผงสารตัวอย่าง

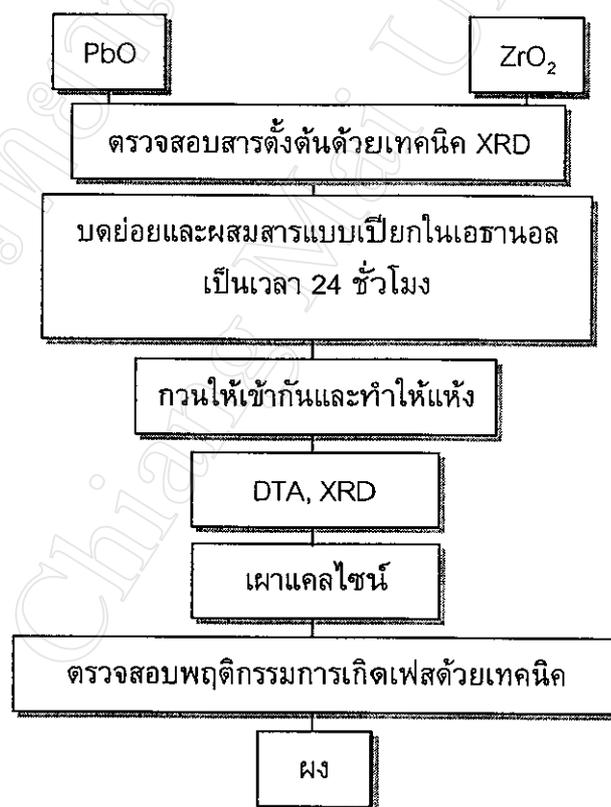
3.3.1 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนต

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผง PZ โดยการนำเอาสารตั้งต้นได้แก่ เลดออกไซด์ และ เซอร์โคเนียออกไซด์ ในอัตราส่วน 1:1 โมล โดยชั่งตามปริมาณที่คำนวณได้จากสมการที่ 3.1 คือ



นำมาใส่ในกระป๋องพลาสติก เพื่อทำการบดย่อยแบบเปียก (wet-milling) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้เอทานอลเป็นตัวช่วยให้สารตั้งต้นผสมคลุกเคล้ากันได้ดี แล้วจึงนำสารผสมที่ได้มาทำการกวน

(stirred) พร้อมกับให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำสารผสมที่ได้ไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิประมาณ 120 °ซ เป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง จะได้สารผสมที่แห้งและจับตัวกันเป็นก้อน เมื่อทำการบดด้วยครก (agate mortar) แล้ว จึงนำไปตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียล เทอร์มอล อานาไลซิส (Differential Thermal Analysis: DTA) แล้วนำข้อมูล DTA ที่ได้มาประกอบการออกแบบการทดลองในขั้นตอนการเผาแคลไซน์ (calcination) ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้วจึงนำสารที่ได้จากการเผาแคลไซน์เหล่านี้ไปตรวจสอบพฤติกรรมการเกิดและการเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction : XRD) ต่อไป โดยสามารถเขียนขั้นตอนการเตรียมผง PZ ได้ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนในการเตรียมผง PZ

3.3.2 การเตรียมผงเลดติตาเนต

นำสารตั้งต้นระหว่างเลดออกไซด์ กับติตาเนียมไดออกไซด์ ในอัตราส่วน 1:1 โมล มาผสมกัน ตามสมการเคมีที่ 3.2 คือ



โดยมีขั้นตอนการเตรียม เหมือนกับในกรณีของการเตรียมผง PZ ดังที่กล่าวมาใน 3.3.1

3.3.3 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตติตาเนตแบบดั้งเดิม

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผง PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$ จากการผสมกันแบบเปียกของสารตั้งต้นเลดออกไซด์ เซอร์โคเนียมออกไซด์ และ ติตาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Pb:Zr:Ti เป็น 2:1:1 ตามสมการเคมีที่ 3.3 คือ



โดยมีรายละเอียดของขั้นตอนในการเตรียมเหมือนกับในกรณีของการเตรียมผง PZ ดังที่กล่าวมาแล้วใน 3.3.1

3.3.4 การเตรียมผงเลดเซอร์โคเนตติตาเนตแบบดัดแปลง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมผง PZT สูตร $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$ จากการใช้ผง PZ และ PT ที่เตรียมจากขั้นตอนที่ 3.2.1 และ 3.2.2 ตามลำดับ มาเป็นสารตั้งต้น โดยการใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง PZ และ PT เป็น 1:1 ตามสมการเคมีที่ 3.4 คือ



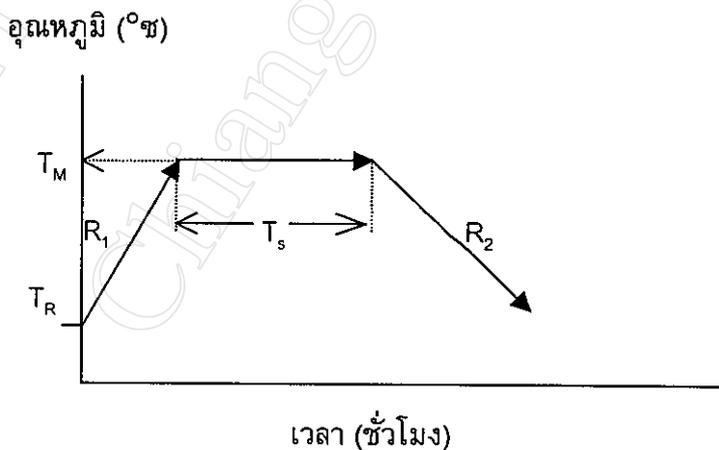
โดยมีขั้นตอนการเตรียมเหมือนกับในกรณีของการเตรียมผง PZ ดังที่กล่าวมาแล้วใน 3.3.1

3.3.5 การเผาแคลไซน์ (Calcination)

การเผาแคลไซน์ ถือได้ว่าเป็นขั้นตอนที่สำคัญมากขั้นตอนหนึ่งในกระบวนการเตรียมผงสารตัวอย่าง เป็นขั้นตอนที่ช่วยให้สารผสม (mixture) ที่ได้จากการเตรียมข้างต้นนั้นเกิดปฏิกิริยาทางเคมีแล้วกลายเป็นสารประกอบตามที่ต้องการได้ หากมีการเลือกใช้เงื่อนไขของการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสม โดยเงื่อนไขที่เป็นปัจจัยสำคัญในการเผาแคลไซน์นี้ ประกอบด้วย

1. อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ (Calcining Temperature; T_M)
2. ระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแซ่ (Soaking Time; T_s)
3. อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (Heating/Cooling Rate; R_1/R_2)

โดยการนำผงสารผสมที่ผ่านกระบวนการบดย่อยแล้วมาใส่ในถ้วยอลูมินา ที่มีฝาปิดสนิท แล้วนำไปทำการเผาแคลไซน์ด้วยการใช้เงื่อนไขที่ประกอบไปด้วยตัวแปรทั้ง 3 ข้อ ดังที่กล่าวมาในลักษณะต่างๆ กัน ดังแผนภาพแสดงด้วยกราฟอุณหภูมิกับเวลาในรูปที่ 3.2

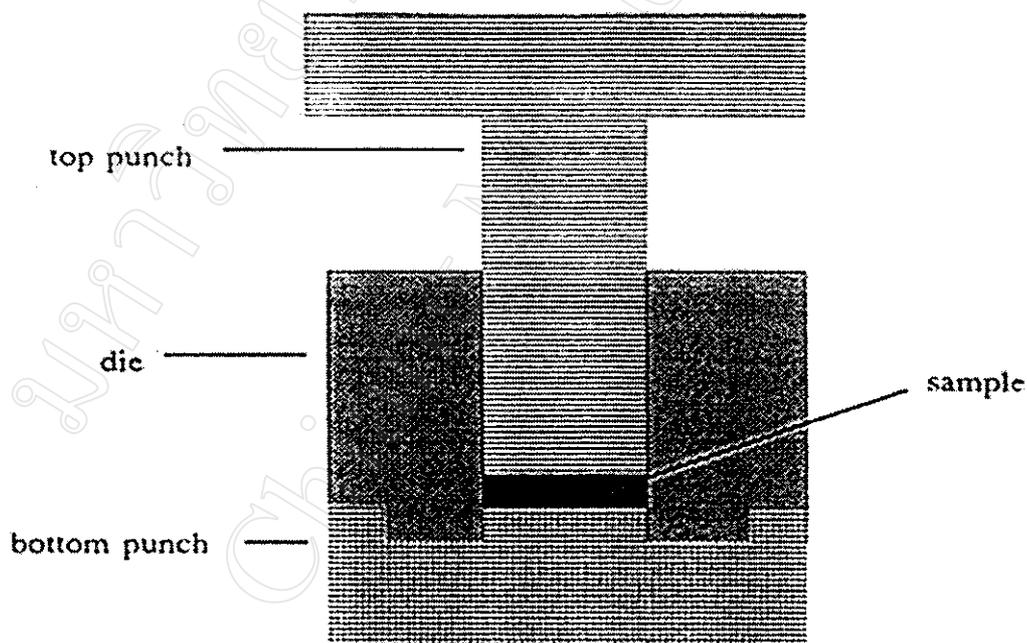


รูปที่ 3.2 แสดงแผนผังการเผาแคลไซน์ที่ใช้ เมื่อ T_R คือ อุณหภูมิห้อง

3.4 การเตรียมเซรามิกสารตัวอย่าง

3.4.1 การขึ้นรูป

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการอัดขึ้นรูปสารตัวอย่างด้วยวิธี dry pressing โดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยในแต่ละครั้งของการขึ้นรูปจะใช้สารตัวอย่างประมาณ 4 กรัม ผสมกับพอลิไวเนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ประมาณ 4 หยด เพื่อเป็นตัวช่วยประสานในการขึ้นรูป แล้วจึงอัดขึ้นรูปด้วยแรงดันประมาณ 2 ตัน เป็นเวลาประมาณ 10 วินาที จะได้สารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นรูปเหรียญ (disc) มีความหนาประมาณ 2.6 มิลลิเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลาง ประมาณ 20 มิลลิเมตร



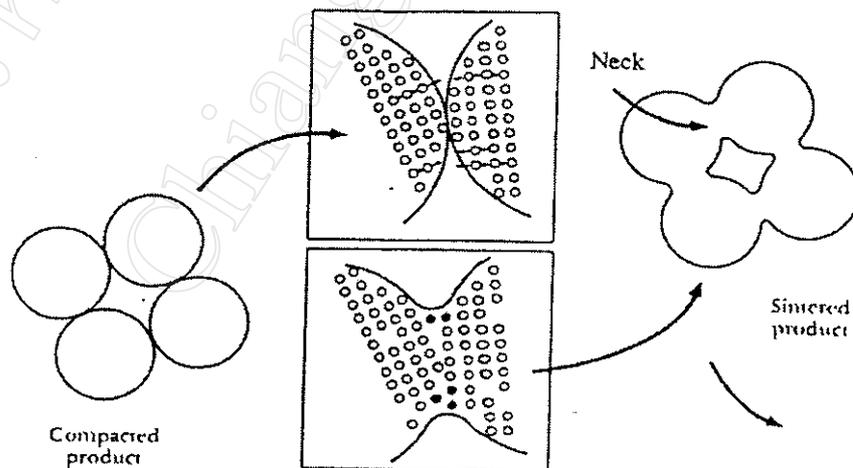
รูปที่ 3.3 แสดงแบบของแม่พิมพ์โลหะที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป

3.4.2 การเผาซินเตอร์ (Sintering)

กระบวนการเผาซินเตอร์ เป็นกระบวนการที่ทำให้ผงสารตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูปแล้ว เกิดกระบวนการแน่นตัว แล้วกลายเป็นเซรามิกที่มีความแข็งแรงพอที่จะคงรูปร่างที่ได้ทำการขึ้นรูปไว้ได้ ซึ่งจะเป็นกระบวนการที่มีการใช้อุณหภูมิสูง เพื่อให้อะตอมของสารเกิดการแพร่เข้าไปยึดเกาะกันแน่นมากยิ่งขึ้นโดยการใช้พลังงานความร้อนไปกระตุ้นให้อะตอมของสารเกิดการแพร่ (diffusion) เข้าหากัน ทำให้เกิดจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคผงที่อยู่ติดกันมากขึ้น ที่เรียกว่า คอ (neck) มีความหนาเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ โดยในกระบวนการเผาซินเตอร์ที่เป็นแบบที่มีเพียงสถานะของแข็ง (solid state sintering) นั้นจะสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ระยะด้วยกัน คือ

1. ระยะแรก (initial stage) เป็นช่วงที่มีการเกิดคอขึ้นมาระหว่างอนุภาคที่อยู่ชิดติดกัน
2. ระยะกลาง (intermediate stage) เป็นช่วงที่มีการกำจัดโพรงแบบเปิด (open pore) โดยในระยะกลางนี้คอจะมีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันของอนุภาคผงมากยิ่งขึ้น และ
3. ระยะสุดท้าย (final stage) เป็นระยะที่มีการกำจัดโพรงแบบปิด (closed pore) ซึ่งจะส่งผลให้สารตัวอย่างนั้นมีการหดตัวและทำให้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ดังแผนภาพแสดงในรูปที่

3.4



รูปที่ 3.4 แสดงกลไกการรวมกันของอนุภาคในระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์

แบบ solid state sintering

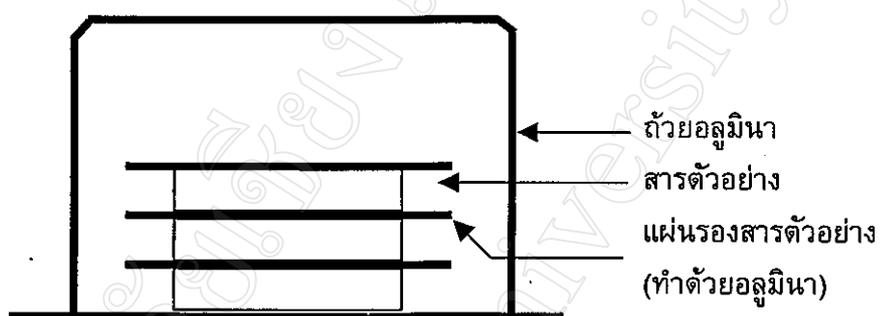
เนื่องจากสารที่ทำการศึกษาในงานวิจัยนี้ล้วนแล้วแต่มีตะกั่วเป็นองค์ประกอบ ซึ่งตะกั่วนั้นมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำ ($T_m \sim 830$ °ซ) ดังนั้นจึงมีโอกาที่จะเกิดกระบวนการซินเตอร์แบบ liquid-phase sintering ได้ ซึ่งพฤติกรรมในการจัดเรียงตัวและยึดเกาะกันของอนุภาคจะแตกต่างออกไปจากกระบวนการซินเตอร์แบบ solid state sintering ดังนี้

เมื่อเกิดเฟสของของเหลว (liquid phase) ขึ้น จะทำให้มีการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคที่อยู่ภายใน โดยของเหลวที่เกิดขึ้นนี้จะลงไปอยู่ในโพรงที่มีขนาดเล็กจนเต็มก่อน จากนั้นจึงจะลงไปอยู่ในโพรงขนาดใหญ่จนเต็ม นั่นคือ ถ้าเฟสของเหลวนั้นเข้าไปแทนที่โพรงทั้งหมด จะทำให้วัสดุนั้นมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นได้ด้วยการใช้อุณหภูมิซินเตอร์ที่ต่ำลง

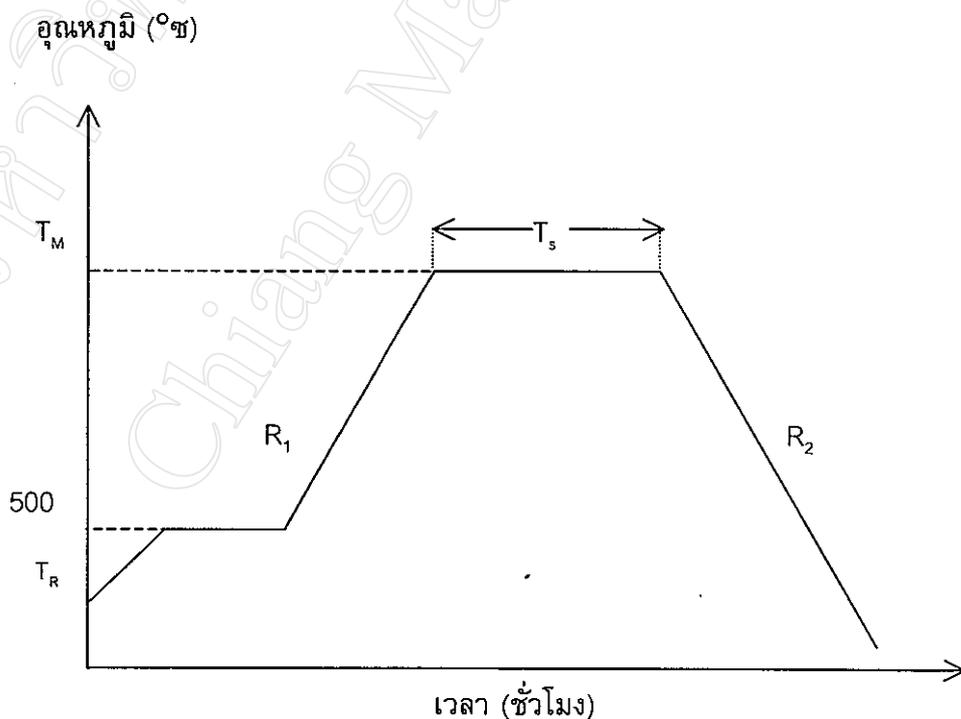
ทั้งนี้การเกิดคอจำนวนมากและมีขนาดใหญ่ จะช่วยทำให้สารตัวอย่างมีความหนาแน่นและมีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้นกว่าเดิมเอง โดยมีอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์เป็นปัจจัยสำคัญ แต่อย่างไรก็ตาม เวลาที่ใช้ในการเผาแซ่ก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญต่อการเผาซินเตอร์เช่นกัน ซึ่งอุณหภูมิกับเวลาที่ใช้ในการซินเตอร์นั้นจะมีความเกี่ยวข้องกันอยู่ กล่าวคือ เมื่อใช้อุณหภูมิซินเตอร์สูงๆ อะตอมของสารจะเกิดการแพร่อย่างรวดเร็ว ทำให้สามารถเตรียมเซรามิกได้โดยใช้เวลาในการเผาแซ่สั้น แต่ในทางกลับกัน ถ้าใช้อุณหภูมิซินเตอร์ต่ำ จะทำให้การแพร่เป็นไปอย่างช้าๆ แต่ถ้าใช้เวลาในการเผาซินเตอร์ที่นานมากพอ ก็สามารถเตรียมเซรามิกที่มีความแข็งแรงขึ้นมาได้เช่นกัน นอกจากนี้ อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ก็เป็นปัจจัยที่สำคัญเช่นกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง กับการเกิดรอยร้าวในเซรามิก หรือการสูญเสียสารที่มีจุดหลอมเหลวต่ำๆ เช่น กรณีของ PbO จึงต้องมีการเลือกใช้ปัจจัยดังกล่าวนี้ควบคู่กับปัจจัยหลักอีกสองข้อที่ได้กล่าวมาอย่างเหมาะสม เพื่อให้ได้เซรามิกของสารตัวอย่างที่มีคุณภาพดีต่อไป

เนื่องจากในระหว่างการขึ้นรูปสารตัวอย่างในงานวิจัยนี้ ได้มีการใช้สาร PVA เป็นตัวช่วยประสานในการขึ้นรูป ดังนั้นจึงได้ออกแบบการเผาซินเตอร์โดยมีการเผาแซ่ที่อุณหภูมิ 500 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดตัวช่วยประสานนี้ออกไปให้หมดก่อน การเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการใช้ในการเผาซินเตอร์เพื่อลดปัญหาที่อาจจะเกิดขึ้นมาจากการสูญเสีย PVA ณ

อุณหภูมิสูงๆ เช่น การเกิดรูปพุ่มหรือรอยร้าว เป็นต้น โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการนำสารตัวอย่างที่ขึ้นรูปแล้วมาทำการเผาซินเตอร์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ โดยมีการจัดลักษณะการวางตัวของสารตัวอย่างในถ้วยอลูมินา ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และใช้แผนผังการเผาซินเตอร์ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ตามลำดับ



รูปที่ 3.5 แสดงลักษณะการจัดวางตัวของสารตัวอย่างสำหรับการเผาซินเตอร์



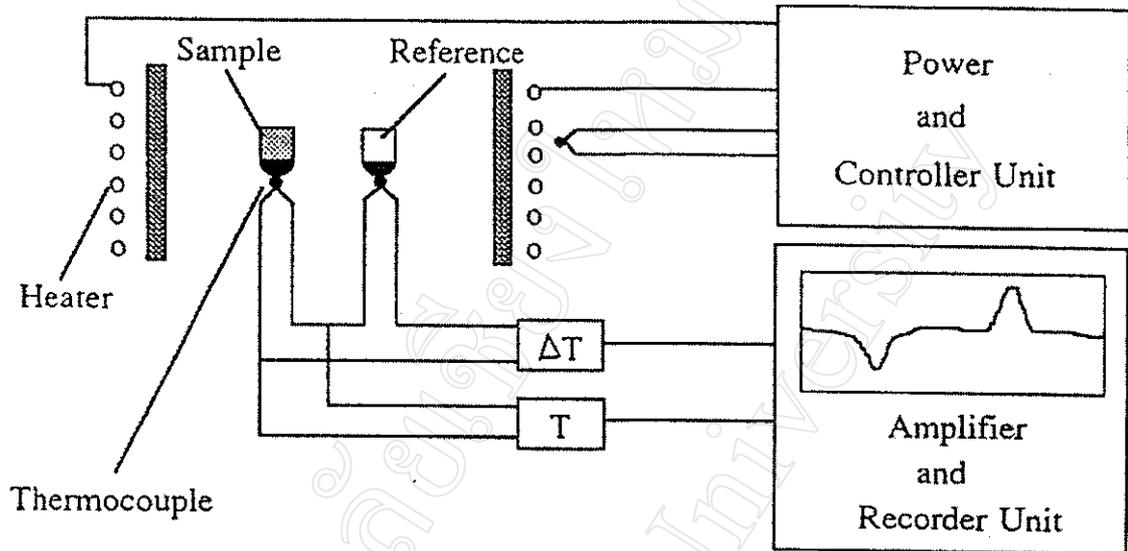
รูปที่ 3.6 แสดงแผนผังการเผาซินเตอร์ที่ใช้

3.5 การตรวจ สอบผงที่เตรียมได้

3.5.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงสารตัวอย่างนั้น สามารถทำได้ด้วยการใช้เครื่องมือที่เรียกว่า ดิฟเฟอเรนเชียล เทอร์มอล อนาไลซิส หรือที่เรียกกันโดยทั่วไปว่า DTA ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สารจากการเปรียบเทียบความแตกต่างของอุณหภูมิของสารตัวอย่าง กับของสารอ้างอิง (reference material) โดยที่สารอ้างอิงนี้จะต้องมีความเฉื่อยต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิในย่านที่จะทำการศึกษา ในขณะที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยมีการควบคุมสารตัวอย่างและสารอ้างอิงให้อยู่ในสิ่งแวดล้อมเดียวกัน เช่น การเพิ่มอุณหภูมิของสารด้วยการใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่แน่นอนแล้วคอยตรวจสอบความแตกต่างของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น หรือลดลงของสารตัวอย่างเทียบกับสารอ้างอิงที่อาจจะเกิดขึ้นได้จากการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่าง โดยจะปรากฏออกมาในรูปของการดูดหรือคายความร้อน ที่เป็นผลของการเปลี่ยนเฟส (phase transition) หรือ การเกิดปฏิกิริยาทางเคมี (chemical reaction) แต่อย่างไรก็ตาม การตรวจสอบด้วยวิธี DTA เพียงอย่างเดียวนั้นไม่สามารถบอกถึงรายละเอียดได้ว่า การเปลี่ยนแปลงที่ปรากฏขึ้นนั้นเป็นการเปลี่ยนแปลงเนื่องมาจากสาเหตุใดอย่างชัดเจน

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของผงสารตัวอย่าง ด้วยการนำสารผสมที่เตรียมได้กับสารอ้างอิง (ในงานวิจัยใช้ Al_2O_3) ในปริมาณประมาณ 25 มิลลิกรัม มาใส่ลงในถ้วยอลูมินาขนาดเล็ก อย่างละถ้วย แล้วจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิขึ้นด้วยอัตรา $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ จนถึงที่อุณหภูมิประมาณ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ จึงทำการลดอุณหภูมิลง ซึ่งหากมีการเกิดปฏิกิริยาดูดหรือคายความร้อนขึ้นในช่วงที่ทำการเพิ่มอุณหภูมิ จะมีศักย์ไฟฟ้าเกิดขึ้นที่ปลายอิสระของเทอร์โมคัพเปิล (thermocouple) และเครื่อง DTA จะแสดงผลดังกล่าวออกมาเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแตกต่างของอุณหภูมิกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา และอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิกับช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา



รูปที่ 3.7 แสดงแผนภาพที่อธิบายถึงหลักการทำงานของเครื่อง DTA

3.5.2 การตรวจสอบองค์ประกอบและโครงสร้างผลึก

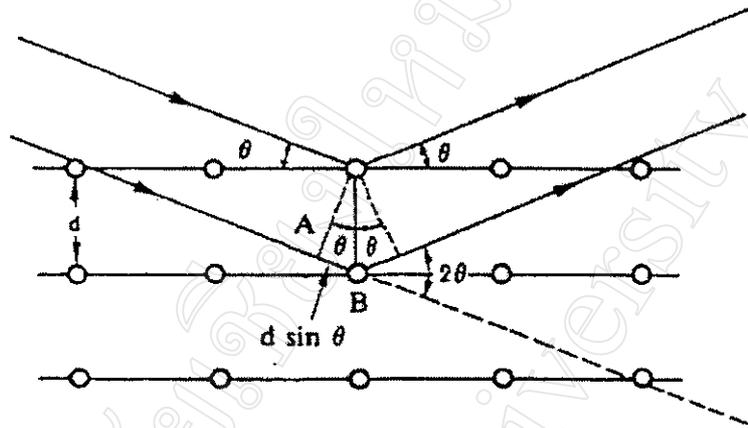
เมื่อทำการเผาแคลไซต์ตัวอย่าง ด้วยเงื่อนไขต่างๆ แล้ว จึงนำมาทำการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ใช้ความต่างศักย์ 30 kV กระแสไฟฟ้า 20 mA และแสดงผลออกมาเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ซึ่งจะสามารถนำมาหาค่า d-spacing ได้จากสมการ

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.5) [20]$$

โดยที่ d คือ ค่า d-spacing หรือระยะห่างระหว่างคู่ระนาบอะตอม

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากเป้าทองแดง ซึ่งมีค่าประมาณ 1.54 Å

θ คือ มุมของ Bragg



รูปที่ 3.8 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตามกฎของ Bragg

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง สามารถทำได้ โดยการนำข้อมูลที่ได้จากรูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ไปเทียบกับข้อมูลใน JCPDS file ซึ่งเป็นฐานข้อมูล XRD โดยจะทำควบคู่ไปกับการเปรียบเทียบเชิงปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยการใช้สมการที่ดัดแปลงมาจากสมการดั้งเดิมที่เสนอโดย Swartz และ ShROUT [21] ในการคำนวณหาปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นในกรณีที่มีเฟสปรากฏไม่เกินสองเฟส ซึ่งจะช่วยให้ได้ความสัมพันธ์ของเงื่อนไขที่ใช้ในการเผาแคลไซน์กับพฤติกรรมการเกิดเฟสของสารตัวอย่างได้ โดยสมการดังกล่าวนี้ คือ

$$\text{เฟสหลักที่ปรากฏ (wt\%)} = \frac{I_M}{I_M + I_{IM}} \times 100\% \quad (3.6)$$

เมื่อ I_M คือ ความเข้มสูงสุดของพีคของรังสีเอกซ์ของเฟสหลัก

I_{IM} คือ ความเข้มสูงสุดของพีคของรังสีเอกซ์ของเฟสปลอมปน

3.5.3 การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาและการกระจายตัว

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของอนุภาคโดยใช้เทคนิคที่เรียกว่า เลเซอร์ ดิฟแฟรคชัน (Laser diffraction) ด้วยเครื่องมือ Laser Diffraction Spectrometer ซึ่งจะทำการตรวจสอบพฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดอนุภาคผงสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า แล้วแสดงข้อมูลออกมาในรูปของกราฟความถี่สะสม โดยมีแกน x แทนสเกล log ของขนาดอนุภาค มีหน่วยเป็น μm และแกน y แทนด้วยค่าความถี่สะสมตั้งแต่ 0-100% พร้อมกับข้อมูลทางสถิติที่เป็นตัวช่วยในการวิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้ เช่น ค่าเฉลี่ย (mean), ฐานนิยม (mode), มัชยฐาน (median) และ ค่าพิสัย (range) ซึ่งข้อมูลที่ได้จากการตรวจสอบด้วยวิธีนี้จะต้องอาศัยการตีความอย่างระมัดระวังมาก ทั้งนี้เนื่องจากผงของสารตัวอย่างมักจะเกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) ได้ง่ายมากในระหว่างการทดลอง จึงทำให้ขนาดของอนุภาคที่เครื่องตรวจวัดอ่านได้นั้น ไม่ใช่ขนาดอนุภาคที่แท้จริงของผงสารตัวอย่าง แต่กลับกลายเป็นขนาดของกลุ่มของผงสารตัวอย่างที่เกาะกันอยู่แทน ทำให้เกิดความผิดพลาดของข้อมูลที่ได้นั่นเอง

3.6 การตรวจสอบเซรามิกที่เตรียมได้

3.6.1 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึก

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี และโครงสร้างผลึกของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งมีหลักการเช่นเดียวกับที่กล่าวในหัวข้อ 3.5.2 อย่างไรก็ตาม ในการตรวจสอบเซรามิกด้วยวิธีนี้นั้นจะต้องให้ความสำคัญกับความเรียบของสารตัวอย่างเช่นเดียวกับในกรณีของผง โดยการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้ก็จะปฏิบัติเช่นเดียวกับกรณีที่เป็นผง จากนั้นจึงนำข้อมูลที่ได้มาทำการเปรียบเทียบกับข้อมูลที่อยู่ใน JCPDS file และจะทำการควบคู่ไปกับการคำนวณหาปริมาณเฟสหลักของสารที่เกิดด้วยสมการที่ 3.6 เช่นกัน

3.6.2 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยได้ทำการตรวจสอบทั้งลักษณะของผิวหน้า (polished surface) และบริเวณผิวที่เป็นรอยแตก (fractured surface) ของเซรามิกสารตัวอย่าง ซึ่งข้อมูลที่ได้จากการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนี้จะบอกถึงลักษณะรูปร่าง และขนาดของเกรน (grain) ของเซรามิกได้ เช่น สามารถบอกได้ว่า การโตของเกรนนั้นเป็นแบบปกติ (normal) หรือ แบบผิดปกติ (abnormal) แต่ละเกรนมีขนาดเฉลี่ยเป็นอย่างไร พฤติกรรมการกระจายตัวของขนาดเกรนในเซรามิกเป็นอย่างไร การเกาะกันของเกรนเป็นอย่างไร มีลักษณะของรอยต่อระหว่างเกรน (grain boundaries) เป็นอย่างไร นอกจากนี้ยังสามารถบอกถึงขนาดและรูปร่างของสิ่งแปลกปลอมที่เกิดขึ้นได้ ซึ่งจะเป็นข้อมูลที่มีประโยชน์อย่างมากสำหรับการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะโครงสร้างจุลภาคกับเงื่อนไขในการเผาซินเตอร์ เช่น ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับขนาดของเกรนที่ปรากฏเป็นต้น

3.6.3 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

3.6.3.1 การหาค่าความหนาแน่น

ในการหาค่าความหนาแน่นของเซรามิกในงานวิจัยนี้ ได้อาศัยหลักการแทนที่น้ำของ Archimedes ซึ่งสามารถทำได้โดยนำเซรามิกที่เตรียมได้ ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมง กิ่งไว้ให้เย็นจากนั้นจึงนำมาชั่งน้ำหนัก โดยทำการชั่งในน้ำและชั่งในอากาศในขณะที่สารตัวอย่างยังเปียกอยู่ จากนั้นจึงนำไปอบในเตาอบด้วยอุณหภูมิประมาณ 120 °ซ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อกำจัดน้ำให้ออกไป แล้วจึงนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้ง จะทำให้สามารถหาค่าความหนาแน่นของสารตัวอย่างได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\rho_s = \frac{w_2}{w_2 - w_1} \times \rho_{st} \quad (3.7)$$

เมื่อ ρ_s คือ ค่าความหนาแน่นของสารตัวอย่าง

ρ_{st} คือ ค่าความหนาแน่นของน้ำ ณ อุณหภูมิที่ทำการวัด มีหน่วยเป็น g/cm^3

w_1 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อทำการชั่งในน้ำ

w_2 คือ น้ำหนักแห้งของสารตัวอย่าง เมื่อทำการชั่งในอากาศ และ

3.6.3.2 การหาค่าความหดตัว

ก) การหาค่าความหดตัวเชิงเส้น (Linear Shrinkage)

สามารถหาได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ค่าความหดตัวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (\%)} = \frac{d_1 - d_2}{d_1} \times 100\% \quad (3.8)$$

เมื่อ d_1 และ d_2 คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของสารตัวอย่างก่อนเผาและหลังเผา ตามลำดับ หรือสามารถหาได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ค่าความหดตัวตามแนวความหนา (\%)} = \frac{t_1 - t_2}{t_1} \times 100\% \quad (3.9)$$

เมื่อ t_1 และ t_2 คือ ความหนาของสารตัวอย่างก่อนเผาและหลังเผา ตามลำดับ

ข) การหาค่าความหดตัวเชิงปริมาตร (Volume Shrinkage)

สามารถหาได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ค่าความหดตัวเชิงปริมาตร (\%)} = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100\% \quad (3.10)$$

เมื่อ V_1 และ V_2 คือ ปริมาตรของสารตัวอย่างก่อนเผาและหลังเผา ตามลำดับ

3.6.3.3 การหาเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่สูญหาย (weight loss)

$$\text{น้ำหนักที่สูญหาย (\%)} = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100\% \quad (3.11)$$

เมื่อ w_1 และ w_2 คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างก่อนเผาและหลังเผา ตามลำดับ

3.6.4 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกสารตัวอย่างที่เตรียมได้ โดยเริ่มจากการทำขั้วไฟฟ้าให้กับชิ้นงานตัวอย่าง ด้วยการนำเซรามิกที่เตรียมได้มาทำการขัดด้วยกระดาษทรายน้ำ เบอร์ 400, 600, 800 และ 1200 ตามลำดับ จากนั้นจึงนำไปอบในเตาอบเป็นเวลาประมาณ 30 นาที แล้วจึงนำมาทำขั้วไฟฟ้าโดยใช้กาวเงินแบบเผาที่บริเวณผิวหน้าทั้งสองของสารตัวอย่าง แล้วจึงนำไปเผา ณ อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 12 นาที ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเป็น 5 °C/นาที เพื่อให้กาวเงินที่เป็นขั้วไฟฟ้าแห้งแนบสนิทกับผิวหน้าทั้งสองด้านของชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นจึงทำการตรวจสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริกด้วยการวัดค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ (ϵ_r) และค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและความถี่ของสัญญาณค่าต่างๆ ซึ่งการหาค่า ϵ_r ของสารตัวอย่างนั้น สามารถหาได้จากการวัดค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance : C) ของสารตัวอย่าง โดยการใช้เครื่อง LCZ meter แล้วจึงนำค่า C ที่อ่านได้มาคำนวณหาค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ จากความสัมพันธ์ที่ว่า

$$\epsilon_r = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad (3.12)$$

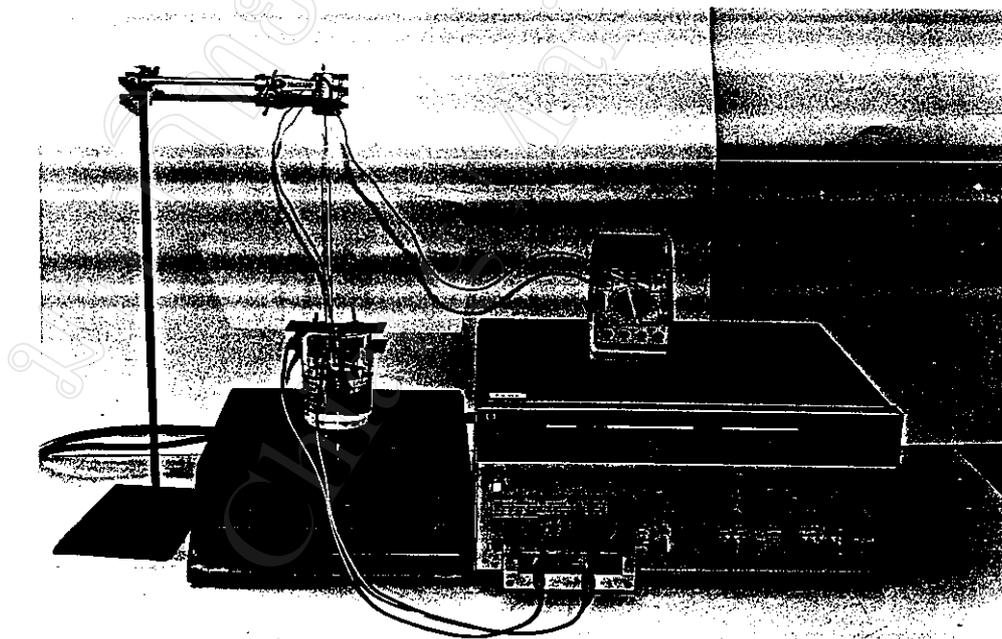
เมื่อ t คือ ความหนาของสารตัวอย่าง

ϵ_r คือ ค่าสภาพยอมสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง

ϵ_0 คือ ค่าสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าประมาณ 8.854×10^{-15} F/mm

A คือ พื้นที่ชั่วไฟฟ้าบนผิวของสารตัวอย่าง

และในขณะเดียวกันก็ทำการหาค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) ไปด้วย ซึ่งค่า $\tan\delta$ นั้นสามารถอ่านค่าได้โดยตรงจากเครื่อง LCZ meter เช่นกัน โดยวัดไปพร้อมกับการวัดค่าความจุไฟฟ้า ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้วัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าความสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก ($\tan\delta$) เทียบกับความถี่ และ อุณหภูมิต่างๆ ด้วยการจัดวางเครื่องมือ ดังแผนภาพแสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แผนภาพแสดงการวัดค่าความจุไฟฟ้าและค่าตัวประกอบการสูญเสียเป็นความร้อนของไดอิเล็กตริก